

WPAT - (C) Derwent

AN - 1983-846392 [51]

XA - C1983-123540

TI - Detergent compsn. used in pellet form - by incorporating sodium carboxymethyl cellulose as binder

DC - A11 A97 D25

PA - (SCHI) SCHINDFESSEL H N

IN - SCHINDFESS HN

NP - 8

NC - 15

PN - EP--96680 A 19831221 DW1983-51 Fre 11p \*

AP: 1983EP-0901801 19830608

DSR: IT

- WO8304417 A 19831222 DW1984-01 Fre

AP: 1983WO-BE00011 19830608

DSRW: AT BE CH DE FR GB LI NL SE

- NO8400445 A 19840409 DW1984-21

- EP-110939 A 19840620 DW1984-25 Fre

DSR: IT

- BR8307399 A 19840508 DW1984-26

- JP59501016 W 19840607 DW1984-29

AP: 1983JP-0501880 19830608

- FI8400411 A 19840201 DW1984-46

- DK8400545 A 19840207 DW1985-03

PR - 1982LU-0084192 19820609

CT - DD-148342; DE1222021; FR1420946; FR2150898; GB1110547; US3574188;  
DE1222031; GB2021143

IC - C11D-003/22 C11D-017/00

AB - EP--96680 A

A detergent compsn. contains 5-25% Na carboxymethylcellulose (CMC) having a viscosity of 15000-25000 mPas, measured at 20 deg.C as a 2% soln. The rest of the compsn. comprises conventional ingredients i.e. surfactants and washing aids.

- Pref. the compsn. contains 15% Na CMC of viscosity 20000 mPas.

- The compsn. can be used in powder or pref. pellet form with the Na CMC acting as binder and exerting a synergistic effect with the other ingredients to increase washing properties. The compsn. can be used in washing machines for washing laundry or for dish-washing. (0/0)

MC - CPI: A10-E21 A12-W12A D11-B10

UP - 1983-51

UE - 1984-01; 1984-21; 1984-25; 1984-26; 1984-29; 1984-46; 1985-03

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt: 83870053.2

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: **C 11 D 3/22**  
**C 11 D 17/00**

(22) Date de dépôt: 08.06.83

(30) Priorité: 09.06.82 LU 84192

(43) Date de publication de la demande:  
21.12.83 Bulletin 83/51

(84) Etats contractants désignés:  
IT

(71) Demandeur: Schindfessel, Hubert Nicolas  
Drongenstationstraat 60  
B-9810 Drongen(BE)

(72) Inventeur: Schindfessel, Hubert Nicolas  
Drongenstationstraat 60  
B-9810 Drongen(BE)

(74) Mandataire: Van Malderen, Michel et al,  
p.a. Freylinger & Associés 22 avenue J.S. Bach (bte 43)  
B-1080 Bruxelles(BE)

(54) Préparation détergente.

(57) Préparation détergente contenant de la carboxyméthyl-cellulose de sodium (CMC) présentant une viscosité de l'ordre de 15 000 à 25 000 m Pas, mesurée à 20°C et sous forme d'une solution à 2 %, à raison de 5 à 25%, le solde étant constitué par les ingrédients habituels d'une composition détergente, à savoir les agents tensio-actifs et les adjuvants de lavage.

Le produit se présente avantageusement sous forme de comprimés de 2,4 à 2,5 g obtenu en comprimant la poudre de départ pour réduire son volume de moitié sous une pression inférieure à 1 kg/cm<sup>2</sup>.

**EP 0 096 680 A1**

Préparation détergente

La présente invention concerne une préparation détergente pouvant servir à diverses fins, en particulier pour l'utilisation dans les machines à laver. L'invention sera  
5 décrite essentiellement ci-après en référence à l'utilisation dans une machine à laver le linge mais il doit être bien entendu que l'invention s'applique également aux préparations détergentes utilisées dans les lave-vaisselle et également pour le lavage dit "à la main".

10 Les préparations détergentes sont généralement présentées sous deux formes principales, à savoir les "poudres à lessiver" ou les "détergents liquides".

Les poudres à lessiver sont le plus généralement réservées à l'utilisation dans les machines à laver; les prépa-  
15 rations liquides qui sont généralement des détergents concentrés en solution dans l'eau sont utilisées moins fréquemment pour les machines à laver et sont plus généralement réservées au lavage dit "à la main", pour laver la vaisselle, que ce soit en machine ou à la main, etc..

20 Ces deux présentations des détergents sont liées à une série d'inconvénients.

L'une comme l'autre présentent en commun le fait qu'elles sont généralement utilisées en quantité supérieure à la quantité requise, par suite des difficultés exactes de mesure de la quan-  
25 tité utilisée. Ces deux formes de présentation des détergents entraînent également certaines difficultés de dosage précis notamment lorsqu'on désire introduire au préalable dans une machine une réserve pour plusieurs lavages, en prévoyant que la machine prélèvera automatiquement pour chaque type d'opération  
30 la quantité de détergent nécessaire.

Un inconvénient particulier lié à l'utilisation des poudres est la difficulté à empêcher une ségrégation des consti-  
tuants de poids spécifique différent lorsque la poudre est soumise en particulier à des vibrations au cours du transport,  
35 du stockage, etc.. Pour palier cet inconvénient, de nombreuses recherches ont été effectuées afin de conférer aux différents ingrédients de la poudre le même poids spécifique apparent.

C'est ainsi que notamment, on a tenté de modifier le poids spécifique des composés peroxydés, en particulier le perborate de sodium afin d'éviter une ségrégation de celui-ci dans les conditionnement des poudres à laver.

5 Il convient encore de noter que certaines personnes sont allergiques aux poudres, ce qui entraîne des difficultés aussi bien pour les ouvriers chargés du conditionnement en usine que pour la ménagère utilisant les produits.

De nombreux autres inconvénients pourraient être  
10 cités aussi bien pour les poudres que pour les préparations liquides, tels que le volume spécifique élevé, les difficultés de manipulation et de conditionnement, la faible biodégradabilité, etc..

Diverses propositions ont en conséquence été faites  
15 pour conditionner les préparations détergentes sous une autre forme.

C'est ainsi que le brevet US-A- 4 234 442 décrit un conditionnement d'une composition détergente dans des sachets qui se décomposent dans l'eau. Ce conditionnement  
20 nécessite un ensachage peu compatible avec les cadences de production industrielles et ne permet pas une automatisation.

Le brevet US-A- 4 219 435 décrit une composition détergente enrobée de sel hydraté. Ceci rend également nécessaire le recours à une technique particulière de  
25 production et un séchage peu compatible avec les techniques modernes de production.

Le brevet US-A-4 099 912 décrit entre autres un procédé de lavage comportant le recours à un comprimé mais les formulations de composition citées ne permettent pas  
30 d'obtenir une composition suffisamment cohérente à l'état comprimé et se décomposant facilement au contact de l'eau.

La présente invention vise donc à obtenir une préparation détergente qui contient un agent adéquat qui facilite le compactage pour former un comprimé, cet agent  
35 en liaison avec les constituants détergents de la composition exerçant également un effet de synergie avec lesdits détergents pour accroître les propriétés de lavage et de

détergence et facilitant finalement la désintégration de la pastille.

Il est apparu que la carboxyméthylcellulose de sodium (CMC) présentant une viscosité de l'ordre de 15 000 à 25 000 m Pas, et de préférence de l'ordre de 20 000 m Pas mesurée à 20°C et sous forme d'une solution aqueuse à 2 % en poids répond à ce critère lorsqu'elle est contenue dans la composition détergente à raison de 5 à 25 %, de préférence à raison d'environ 15 % en poids.

La présente invention porte aussi bien sur une telle préparation à l'état de poudres qu'à l'état de comprimés.

Les constituants détergents classiques peuvent être utilisés à cet effet, tels que ceux cités dans l'état de la technique, prémentionné qui est inclus au présent Mémoire Descriptif à titre de référence mais la préférence est accordée au sulfate double de lauryle et de sodium à raison d'au moins 35 % et de préférence environ 45% en poids de la composition totale avec d'autres agents tensio-actifs et les adjuvants éventuels.

Avantageusement, selon l'invention la préparation est obtenue au départ d'une composition classique de détergent en poudre comprimée en présence de la CMC précitée en réalisant une compression telle qu'au départ de poudres classiques, on forme des comprimés. Avantageusement, la compression est réalisée de telle manière qu'au départ de la préparation en poudre, on comprime dans une pastilleuse classique le volume de la poudre pour la réduire au moins de moitié.

La Demanderesse a observé en effet que les techniques classiques de production de pastilles ou comprimés, tels qu'ils sont utilisés dans l'industrie pharmaceutique, ne donnent généralement pas des produits adéquats.

En effet, les techniques classiques prévoient l'utilisation de pression très élevées de l'ordre de plusieurs bars, ce qui entraîne la formation de pastilles

difficiles à briser et surtout se dissolvant très lentement dans l'eau.

En pratique, on a observé que si une machine de production de comprimés est remplie de manière à contenir 5 16 mm de matière, il faut comprimer au moins de manière à réduire la hauteur du comprimé à 8 mm et avantageusement à une valeur de l'ordre de 7,5 mm pour obtenir un produit adéquat.

La nature de la CMC, en particulier la viscosité 10 indiquée présente une grande importance pour atteindre les objectifs de l'invention. La caractéristique principale de ce liant est qu'il doit être soluble dans l'eau et également se gonfler dans l'eau pour faciliter l'opération de désintégration et de dissolution du comprimé.

15 Avantageusement, les produits généralement incorporés dans les préparations détergentes peuvent être également présents dans la composition de l'invention. On sait que les différents constituants ajoutés dans les préparations détergentes varient en fonction de l'usage auquel la 20 préparation est destinée. A titre d'exemple, en plus des matières tensio-actives, on peut incorporer dans la préparation les additifs habituels tels que les produits blanchissants, les "builders", les agents agissant comme limitateurs ou stabilisants de mousse, les agents de 25 blanchiment optique, des parfums, des additifs divers notamment des adoucisseurs ou agents anti-calcaires, des agents anti-redéposition, des enzymes, etc..

Les préparations de l'invention ne contiennent généralement pas de polyphosphates de sodium bien que leur 30 utilisation puisse dans certains cas être envisagée. Généralement, leur présence est non souhaitable par suite de l'effet d'eutrophisation des eaux provoquée par son rejet dans les eaux de ruissellement.

Il convient de noter que l'utilisation comme agent 35 liant du sel de sodium de carboxyméthylcellulose présente un avantage complémentaire résultant de l'action détergente

propre de ce produit et sa synergie avec les autres agents tensio-actifs. De plus, ainsi qu'il est connu, ce produit agit comme anti-redéposition.

En pratique, les conditions d'obtention des comprimés sont telles que les pressions utilisées sont inférieures à  $1 \text{ kg/cm}^2$ , les pressions étant de préférence de l'ordre de  $0,6 \text{ kg/cm}^2$ .

L'invention sera décrite plus en détail en regard de la description qui suit d'un mode d'exécution préféré de l'invention.

Il convient cependant de noter que, dans le présent mémoire descriptif, le terme "comprimé" ou "pastille" s'applique à un produit qui a subi une action de compactage de manière à agglomérer les particules constitutives entre elles sous l'action de la CMC. Les termes "comprimé" et "pastille" ne doivent cependant pas s'entendre nécessairement au sens strict qui leur est donné dans l'industrie pharmaceutique ou dans d'autres domaines, le point principal étant la présence du liant et un certain effet de cohésion.

Le tableau qui suit se rapporte à une composition typique d'un produit à lessiver destiné à une machine à laver qui convient pour une préparation sous forme de comprimé. On notera que la préparation relève essentiellement d'une préparation destinée à laver du linge blanc dans les machines à laver, du fait qu'elle contient des enzymes et du perborate de sodium. L'homme de l'art pourra cependant facilement adapter la préparation détergente, notamment en recourant purement et simplement aux préparations classiques du commerce en fonction des divers usages souhaités.

#### Exemples

On a préparé un mélange contenant les constituants suivants :

	<u>Constituants</u>	<u>Parties en poids</u>
	- Détergent synthétique (sulfate (double de lauryle et de sodium) ')	45
	- Enzymes	12
5	- Perborate de sodium	12
	- Blanchissant optique	0,2
	- Sel sodique de l'acide éthylène-diamine- tétracétique	10
10	- CMC-Viscosité 20 000 m Pas à 20°C (solution 2 %)	15
	- Parfum	0,5
	- Métasilicate de sodium	5,3

15 Le mélange de poudre ainsi préparé est introduit dans une pastilleuse sous une hauteur de remplissage de 16 mm et on a procédé à divers essais en appliquant des pressions de fabrication variables qui se traduisent par des hauteurs de pastilles comprimées variables. Le

20 poids du comprimé correspondant à la hauteur de remplissage de 16 mm, pour lesdits constituants est de 3,5 g, le diamètre du comprimé cylindrique étant de 21,9 mm.

Sous une pression de  $3 \text{ kg/cm}^2$ , on obtient une pastille d'une épaisseur de 6 mm également très dure et

25 dont la dissolution est négligeable également après 1 heure.

Sous une pression de  $2 \text{ kg/cm}^2$ , la pression est de 6,5 mm, le produit est dur à briser et la dissolution est encore très faible après 1 heure.

30 Sous une pression de  $1 \text{ kg/cm}^2$ , l'épaisseur de la pastille est de 6,9 mm, elle est moins dure à briser mais la dissolution est encore non satisfaisante.

Sous une pression de  $0,75 \text{ kg/cm}^2$ , l'épaisseur de la pastille est 7,3 mm, elle est facile à briser mais le

35 temps de dissolution est encore trop long.

Sous une pression de  $0,6 \text{ kg/cm}^2$ , on présente une pastille de bonne cohérence et se dissolvant facilement. L'épaisseur de la pastille est de 7,6 mm ce qui représente donc une réduction de plus de la moitié du volume de  
5 remplissage initial de la poudre dans la pastilleuse.

Si l'on applique une pression inférieure à  $0,5 \text{ kg/cm}^2$ , on obtient une pastille de l'ordre de 8 mm d'épaisseur qui s'effrite cependant facilement et qui ne convient donc pas.

Il convient de noter que, pour la plupart des  
10 pastilles ne présentant pas de bonnes caractéristiques de dissolution, on observe l'apparition sur la surface extérieure de la pastille ou du comprimé d'un film qui est vraisemblablement à l'origine des mauvaises propriétés de dissolution.

15 Les comprimés de la composition mentionnée ci-dessus ne sont pas toxiques. Leur goût répugnant est une barrière cependant à l'ingestion accidentelle de ces comprimés, entre autres par des enfants. Cependant, dans le cas d'une telle ingestion, celle-ci n'aurait pour  
20 résultat qu'un dérangement intestinal passager sans provoquer de troubles graves.

Les comprimés se caractérisent par la facilité de leur préparation industrielle, la rigueur du dosage qu'ils permettent et la commodité de leur emploi.

25 Il convient de noter que, en vue d'accélérer la désintégration des comprimés au contact de l'eau, le recours à des matières effervescentes constituées entre autres d'un mélange d'un acide organique sous forme soluble tel que l'acide citrique et du carbonate et  
30 bicarbonate de sodium est envisageable mais est généralement superflu.

Ainsi qu'il a été indiqué précédemment d'autres additifs et adjuvants habituels et bien connus de l'homme de l'art peuvent être utilisés.

35 Les comprimés sont réalisés de manière à obtenir de préférence des formes de dosage unitaire de 2,4 à 2,5 g

Deux de ces comprimés sont recommandés pour un pré-lavage et trois comprimés pour le lavage, soit un poids total d'environ 12,5 g pour 5 kg de linge à laver à la machine avec la quantité d'eau prescrite par le constructeur de la machine.

Généralement, le pH de la préparation est de l'ordre de 8 à 10 lorsqu'on dissout les comprimés selon les recommandations précitées.

On obtient de cette manière une lessive sans mordants et largement biodégradable. De plus, le produit se présente sous une forme de dosage unitaire facile à utiliser, peu encombrante et exerçant un bon effet de lavage malgré la concentration faible des constituants dans la lessive.

Bien qu'on ait décrit des modes d'exécution particulièrement préférés de l'invention, il doit être bien entendu que de nombreuses variantes sont possibles tout en restant dans le cadre de l'invention. Le technicien de la branche pourra notamment adapter les compositions détergentes en fonction des usages souhaités et en particulier par les essais de laboratoire et des essais de lavage, adapter les différents constituants du mélange aux différents résultats souhaités parmi lesquels les propriétés suivantes doivent être particulièrement prises en considération pour les comprimés nouveaux obtenus selon l'invention, à savoir : solubilité et vitesse de désintégration et de dissolution des comprimés dans l'eau, cohérence des comprimés, turbidité satisfaisante du bain, stabilité du pH et finalement prix de revient qui constituent les avantages principaux de l'invention.

Sauf indication contraire, toutes les proportions indiquées dans le présent mémoire descriptif et les revendications se rapportent à des proportions ou des pourcentages exprimés en poids.

REVENDEICATIONS

1. Préparation détergente caractérisée en ce qu'elle contient de la carboxyméthylcellulose de sodium (CMC) présentant une viscosité de l'ordre de 15 000 à 25 000 m Pas, mesurée à 20°C et sous forme d'une solution à 2 %, à raison de 5 à 25 %, le solde étant constitué par les ingrédients habituels d'une composition détergente, à savoir les agents tensio-actifs et les adjuvants de lavage.
2. Préparation selon la revendication 1 caractérisée en ce que la carboxyméthylcellulose de sodium utilisée présente une viscosité de 20 000 m Pas mesurée à 20°C et sous forme d'une solution à 2 %.
3. Préparation selon les revendications 1 ou 2 caractérisée en ce qu'elle contient 15 % en poids de ladite carboxyméthylcellulose de sodium.
4. Préparation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisée en ce qu'elle contient à titre d'agent tensio-actif au moins 35 % et de préférence au moins 45 % en poids de sulfate double de lauryle et de sodium.
5. Préparation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de comprimé unitaire pesant de préférence environ 2,4 à 2,5 g.
6. Préparation détergente selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisée en ce qu'elle est obtenue au départ d'une composition classique de détergents en poudre comprimée en présence de la carboxyméthylcellulose de sodium en réalisant une compression telle qu'au départ de poudres classiques, on réalise des comprimés dont le volume, comparé aux poudres de départ est réduit au moins de moitié.
7. Composition détergente selon l'une quelconque des revendications 1 caractérisée en ce qu'elle est exempte de polyphosphates de sodium et qu'elle est largement

biodégradable.

8. Composition détergente selon l'une quelconque  
des revendications 1 à 7 caractérisé en ce qu'elle est  
comprimée à une pression inférieure à  $1 \text{ kg/cm}^2$ , de  
5 préférence une pression de l'ordre de  $0,6 \text{ kg/cm}^2$ .



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0096680

Numéro de la demande

EP 83 87 0053

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)
Y	DD-A- 148 342 (AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN DER DDR) * En entier *	1	C 11 D 3/22 C 11 D 17/00
Y	GB-A-1 110 547 (DU PONT) * En entier *	1	
Y	US-A-3 574 188 (K. TAKEHARA) * En entier *	1	
Y	DE-B-1 222 031 (HERCULES POWDER CY.) * En entier *	1	
Y	FR-A-1 420 946 (COLGATE-PALMOLIVE) * En entier *	1,5	
Y	GB-A-2 021 143 (JEYES GROUP) * En entier *	1,5	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3) C 11 D C 08 B
Y	FR-A-2 150 898 (COLGATE-PALMOLIVE) * En entier *	1,7	
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 15-09-1983	Examineur COLLER P.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			